

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-031954

(43)Date of publication of application : 06.02.2001

(51)Int.Cl.

C09K 3/14

G11B 5/31

(21)Application number : 11-206120

(71)Applicant : TOKYO MAGNETIC PRINTING CO
LTD
TDK CORP

(22)Date of filing : 21.07.1999

(72)Inventor : SAITO ISAO
ORII KAZUYA
FUJITA YASUTOSHI
YAMAGUCHI MASAO
SASAKI MASAHIRO

(54) SEPARATED ABRASIVE GRAIN SLURRY COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a separated abrasive grain slurry composition which can uniformly polish a composite material comprising a mixture of materials different in hardness without causing selective polishing by incorporating abrasive grains, a dispersion medium, an alcoholic-OH-containing compound, and optionally a dispersant into the same.

SOLUTION: Preferably, the alcoholic-OH-containing compound is a prim. to tert. alcohol of the formula: R1-OH, a polyoxyalkylene monoether compound of the formula: P2O-(CnH2nO)mH or a polyoxyalkylene monoester compound of the formula: R3COO-(CnH2nO)mH. In the formulas, R1 is 4-18C alkyl, alkenyl, alkynyl, alkaryl, or aryl; R2 is 1-18C alkyl, alkenyl, alkynyl, alkaryl, or aryl; R3 is 1-18C alkyl; n is 2-4; and m is 1-4. The composition is suitable for processing a composite material comprising a plurality of materials different in hardness without causing the difference in the amount of polishing between soft materials and hard materials otherwise caused by lapping and polishing.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-31954

(P2001-31954A)

(43) 公開日 平成13年2月6日 (2001. 2. 6)

(51) Int.Cl.	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 Z 5 D 0 3 3
G 1 1 B 5/31		G 1 1 B 5/31	M

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平11-206120

(22) 出願日 平成11年7月21日 (1999. 7. 21)

(71) 出願人 390027443

東京磁気印刷株式会社

東京都台東区台東1丁目5番1号

(71) 出願人 000003067

ティーディーケー株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 斎藤 軍夫

東京都台東区台東1丁目5番1号東京磁気印刷株式会社内

(74) 代理人 100067817

弁理士 倉内 基弘 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 遊離砥粒スラリー組成物

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 複数異硬度材料からなる複合材料のラッピング／ポリッシング加工で軟質材料と硬質材料の選択研磨なしに均一加工する工程用の遊離砥粒スラリー組成物、および特に薄膜型磁気ヘッドのエアベアリング面の研磨工程を含む薄膜型磁気ヘッドの研磨方法を提供する。

【解決手段】 研磨材粒子、分散媒及び一種以上のアルコール性水酸基を有する化合物並びに任意に分散剤を含む遊離砥粒スラリー組成物。特にアルコール性水酸基を有する化合物が一般式I

$$R^1-OH \quad (I)$$

の1～3級アルコール、一般式II

$$R^1O-(C_nH_{2n+1}O)_mH \quad (II)$$

のポリオキシアルキレンモノエーテル、又は一般式III

$$R^1COO-(C_nH_{2n+1}O)_mH \quad (III)$$

のポリオキシアルキレンモノエステルである遊離砥粒スラリー組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 異硬度材料が混在する複合材料を研磨するための遊離砥粒スラリー組成物であって、研磨材粒子、分散媒及び少なくとも一種のアルコール性水酸基を有する化合物並びに任意に分散剤を含む遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項2】 前記アルコール性水酸基を有する化合物が構造式(I)

【化1】 R^1-OH (I)

(R^1 は炭素数が4~18のアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルキルアリール基又はアリール基を表す。)で表される1~3級アルコールである請求項1に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項3】 前記アルコール性水酸基を有する化合物が構造式(II)

【化2】 $R^2O-(C_nH_{2n+1}O)_mH$ (II)

(R^2 は炭素数が1~18のアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルキルアリール基又はアリール基、 n は2~4、 m は1~4を表す。)で表されるポリオキシアルキレンモノエーテル化合物である請求項1に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項4】 前記アルコール性水酸基を有する化合物が構造式(III)

【化3】 $R^3COO-(C_nH_{2n+1}O)_mH$ (III)

(R^3 は炭素数が1~18のアルキル基、 n は2~4、 m は1~4を表す。)で表されるポリオキシアルキレンモノエステル化合物である請求項1に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項5】 薄膜型磁気ヘッドのエアベアリング面となる面の研磨加工を行う工程を含む薄膜型磁気ヘッドの製造方法であって、前記研磨加工が請求項1~4のいずれか一項に記載の遊離砥粒スラリー組成物を用いる薄膜型磁気ヘッドの研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、硬度の異なる複数の異硬度材料から構成される複合材料のラッピングおよびポリッシング加工で発生する軟質材料と硬質材料の研磨量差、即ち選択研磨を生じることなく均一に加工する工程で使用するのに適した遊離砥粒スラリー組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、光学部品、電子部品や精密機械部品などに対して、益々高性能化、高機能化が要求されてきており、使用される材料も金属結晶材料、セラミックス、ガラス、プラスチックと非常に多岐にわたっている。このような部品の製造工程の一つとして、硬度の異なる複数の材料から構成される複合材料の研磨が増加してきている。複合材料の研磨加工の一例として、電子部品に関してはハードディスク基板のNi-Pメッキ層のテ

クスチャリング加工やLSIの多層配線工程における記録金属と層間絶縁膜との均一加工、光学部品ではフェルールと呼ばれるジルコニア系セラミックスとファイバー部のコアと呼ばれる石英ガラス、グラッドと呼ばれるフッ素系樹脂との複合材料である光ファイバーコネクタ端面研磨などが挙げられる。

【0003】コンピュータの記録媒体であるハードディスクドライブは年々その記録密度の向上が図られている。高記録密度を達成する手段の一つとして、ハードディスクと磁気ヘッドの浮上隙間を狭め、ディスクとヘッド間のスペーシングを低減させる、つまりヘッドの低浮上化が試みられている。ハードディスクドライブに搭載されている磁気ヘッドは、薄膜型磁気ヘッドが主流であり、インダクティブ型、記録再生素子にMR(Magnet Resistance:磁気抵抗素子)を用いたMR-インダクティブ複合型、さらにはGMR(Giant MR:巨大磁気抵抗素子)を用いたものなどがある。これら薄膜型磁気ヘッドは、アルチック(Al_2O_3 -TiC)などの基材と、アルミナ(Al_2O_3)などの保護/絶縁膜なるセラミックスおよびパーマロイ(Fe-Ni)、センダスト(Fe-Al-Si)などの磁性材料である金属膜等による複合材料で構成されている。

【0004】従来の遊離砥粒スラリーを用いて薄膜型磁気ヘッドのABS(Air Bearing Surface:ABS(空気浮上面))の研磨加工を行う場合、材料間の硬度の違いにより、軟質材料であるパーマロイやセンダストなどの金属膜が選択的に加工され、段差や面粗れが発生するものがほとんどであった。そのため、セラミックスからなるABSより磁極部などの金属膜を後退させることになり、記録媒体との磁気間隔を増大させるポールチップリセション(Pole Tip Recession:PTR)が発生し、実質的なヘッドの浮上量を増加させてしまうと言った問題点があった。

【0005】そこで、このような選択研磨やダメージを回避するために、遊離砥粒スラリーに選択研磨防止剤を入れて高精度の研磨面を達成することが例えば、特開平10-113327や特開平10-255022によって提案されている。特開平10-113327では、分子量が300~20000のプロピレンオキシドおよび任意にエチレンオキシドの付加反応によって得られた水酸基の官能基数が1~6であるポリエーテルを選択研磨防止剤として遊離砥粒スラリーに添加することによって、薄膜型磁気ヘッドのABSのラッピング加工により生じる選択研磨の回避と研磨面状態の向上を図っている。

【0006】また、特開平10-255022では選択研磨防止剤として、含硫黄有機モリブデン化合物を用いている。これは、研磨加工時に発生する摩擦熱によって分解し、金属表面と反応することなく皮膜を形成し、その層間が分子間力の弱いファンデルワールス力で結合し

ている二硫化モリブデン(MoS_2)を主体とする層状構造を形成し、接触面での摩擦は二硫化モリブデン内部の層間の摩擦に置き換えられ低摩擦となるために、異硬度材料間の研磨量差をなくし、軟質材料の選択研磨を有効に防止させている。

【0007】アルコール性水酸基を有する化合物を用いた遊離砥粒スラリー組成物も様々に考案されてきた。アルコールが添加されている従来の遊離砥粒スラリー組成物は、水系分散媒を用いた系が主であり、特開昭61-261386では、使用時における潤滑剤成分の蒸発による組成変化によるラッピング・ポリッシング性能の低下の防止を目的として潤滑剤が多価アルコール、多価アルコールのアルキルエーテル、多価アルコールのアリルエーテルおよびそれらの水溶液からなる群から選ばれる基材に砥粒を混合・分散させてなる砥粒分散型スラリー状ラッピング・ポリッシング潤滑剤が考案されている。また、特開平9-256171では、Ni系メッキ基板上への表面加工、即ち、平面研磨加工又はテクスチャ加工の加工性、砥粒を分散させた加工液における砥粒分散性、加工時又は加工後における切り屑の下地膜上への非付着性(加工後の洗浄性)、更に磁性膜を成膜した後の良好なエラー特性を同時に満足させる加工用水溶性油剤組成物、該組成物を含む加工液が報告されている。更に、特開平8-41443、特開平10-204419、特開平10-249713などでは、遊離砥粒スラリー組成物において砥粒分散剤としてアルコール性水酸基を有する化合物であるポリオキシアルキレンモノアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンモノアルキルフェニルエーテルおよびポリオキシアルキレンモノ脂肪酸エステルのような非イオン界面活性剤を用いている。しかしこれらは本発明の異種硬度材料の研磨加工時に発生する軟質材料の選択研磨防止と研磨レートの向上を目的としたものではない。

【0008】しかしながら、従来の遊離砥粒スラリー組成物では、その選択研磨防止が主に金属膜に作用し、選択研磨を防止するに留まっていたが益々ヘッドの低浮上化が要求されつつあり、PTR値を更に低下させなければならず、金属膜の選択研磨を防止すると同時に、遊離砥粒スラリーを用いた研磨加工において基材であるアルチックと絶縁膜であるアルミナとの境界部分に発生する肩段差と呼ばれる段差を小さくしなければならないという問題がある。更に、遊離砥粒スラリーの加工能力を考慮すると、余りに潤滑特性を上げると摩擦特性も低下するために遊離砥粒スラリーの研磨レートが低下するという問題もある。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、特に薄膜型磁気ヘッドの研磨加工時において、異種材料間における研磨量の差、即ち選択研磨を生じることなく均一に加工するのに適した遊離砥粒スラリー組成物であって、尚且

つ高い研磨レートを維持しつつ、高研磨面品位を得ることを目的とした遊離砥粒スラリー組成物を提供する。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、異硬度材料が混在する複合材料を研磨するための遊離砥粒スラリー組成物であって、研磨材粒子、分散媒及び少なくとも一種のアルコール性水酸基を有する化合物並びに任意に分散剤を含む遊離砥粒スラリー組成物である。また本発明は、前記アルコール性水酸基を有する化合物が構造式

(I)

【0011】

【化4】 R^1-OH (I)

(R^1 は炭素数が4~18のアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルキルアリール基又はアリール基を表す。)で表される1~3級アルコールである上記の遊離砥粒スラリー組成物、前記アルコール性水酸基を有する化合物が構造式(II)

【0012】

【化5】 $\text{R}^2\text{O}-(\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{O})_m\text{H}$ (II)

(R^2 は炭素数が1~18のアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルキルアリール基又はアリール基、 n は2~4、 m は1~4を表す。)で表されるポリオキシアルキレンモノエーテル化合物である上記の遊離砥粒スラリー組成物、又は前記アルコール性水酸基を有する化合物が構造式(III)

【0013】

【化6】 $\text{R}^3\text{COO}-(\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{O})_m\text{H}$ (III)

(R^3 は炭素数が1~18のアルキル基、 n は2~4、 m は1~4を表す。)で表されるポリオキシアルキレンモノエステル化合物である上記の遊離砥粒スラリー組成物であり、薄膜型磁気ヘッドのエアベアリング面となる面の研磨加工を行う工程を含む薄膜型磁気ヘッドの製造方法であって、前記研磨加工がこれらのいずれかの遊離砥粒スラリー組成物を用いる薄膜型磁気ヘッドの研磨方法である。この様な遊離砥粒スラリー組成物を使用することによって、薄膜型磁気ヘッドを研磨加工する際に発生する金属膜の選択研磨とアルチック/アルミナ間の肩段差発生を防止することを特徴とする。

【0014】本発明の選択研磨防止剤としてアルコール性水酸基を有する化合物を使用した場合、分子中に存在する極性基であるアルコール性水酸基が金属表面に選択吸着することにより、金属膜に対する選択研磨は低くなると考えられる。一方、金属と比較してアルコール性水酸基を有する化合物との相互作用の低い基材のアルチック、絶縁膜および保護膜であるアルミナに対してはアルコール性水酸基を有する化合物の吸着量に大きな差はなく、アルチック/アルミナ間の選択研磨を防止する能力に優れていると考えられる。また、カルボキシル基と比較してアルコール性水酸基は固体表面に対して比較的弱い吸着であるため、高い研磨レートを維持したままの研

磨加工が可能になると予想される。従って、複合材料の研磨加工を行う際に発生する異硬度間の研磨量の差を無くして均一に研磨し、尚且つ遊離砥粒スラリーの研磨加工能率、即ち研磨レートを維持するために、遊離砥粒スラリー組成物中にアルコール性水酸基を有する化合物を少なくとも一種以上添加することが有効な手段である。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明は、選択研磨防止剤としてのアルコール性水酸基を有する化合物、分散媒及び研磨材粒子並びに任意に界面活性剤等の分散剤によって構成される遊離砥粒研磨スラリー組成物であり、低PTR値が要求される薄膜型磁気ヘッドを研磨加工する際に発生するアルチック／アルミナ／金属膜間の選択研磨の問題を克服し、低PTR値を達成するために本発明者らは、鋭意研究を重ねた結果、選択研磨防止剤としてアルコール性水酸基を有する化合物を少なくとも一種以上を含む遊離砥粒スラリー組成物を用いることによりラッピング加工で発生する選択研磨を防止し、尚且つ高い研磨速度を維持しつつ低PTR値を達成出来ることを見出した。

【0016】本発明に使用するアルコール性水酸基を有する化合物には、アルコール、ポリオキシアルキレンモノエーテル化合物及びポリオキシアルキレンモノエステル化合物等がある。

【0017】本発明に用いられるアルコールは下式

【化7】 R^1-OH (I)

(R^1 は炭素数が4~18、好ましくは10~18、より好ましくは10~14のアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルキルアリール基又はアリール基、好ましくはアルキル基を表す。)で表される1~3級、好ましくは1級アルコールである。これらの例として1-ブタノール、イソブタノール、2-ブタノール、tert-ブタノール、1-ブテン-3-オール、3-ブテン-1-オール、2-ブテン-1-オール、1-ブチン-3-オール、2-ブチン-1-オール、3-ブチン-1-オール、1-ペンタノール、2-ペンタノール、3-ペンタノール、tert-アミルアルコール、3-メチル-1-ブタノール、1-ペンテン-3-オール、2-ペンテン-1-オール、4-ペンテン-1-オール、2-メチル-3-ブテン-2-オール、3-メチル-2-ブテン-1-オール、3-メチル-3-ブテン-1-オール、1-ペンチン-3-オール、2-ペンチン-1-オール、3-ペンチン-1-オール、4-ペンチン-1-オール、4-ペンチン-2-オール、1-ヘキサノール、2-ヘキサノール、3-ヘキサノール、2-メチル-1-ペンタノール、3-メチル-1-ペンタノール、2-メチル-2-ペンタノール、3-メチル-2-ペンタノール、3-メチル-3-ペンタノール、4-メチル-1-ペンタノール、4-メチル-2-ペンタノール、

3, 3-ジメチル-1-ブタノール、3, 3-ジメチル-2-ブタノール、2, 2-ジメチル-1-ブタノール、2-エチルブタノール、1-ヘキセン-3-オール、2-ヘキセン-1-オール、3-ヘキセン-1-オール、4-ヘキセン-1-オール、5-ヘキセン-1-オール、2, 4-ヘキサジエン-1-オール、1-ヘキシシン-3-オール、2-ヘキシシン-1-オール、3-ヘキシシン-1-オール、5-ヘキシシン-1-オール、5-ヘキシシン-3-オール、3-メチル-1-ペンチン-3-オール、1-ヘブタノール、2-ヘブタノール、3-ヘブタノール、4-ヘブタノール、3-エチル-3-ペンタノール、2-メチル-2-ヘキサノール、2-ヘプテン-1-オール、4-ヘプテン-1-オール、1-ヘプチン-3-オール、2-ヘプチン-1-オール、3-ヘプチン-1-オール、4-ヘプチン-2-オール、5-ヘプチン-3-オール、5-メチル-1-ヘキシシン-3-オール、1-オクタノール、2-オクタノール、3-オクタノール、4-オクタノール、2-メチル-2-ヘブタノール、3-メチル-3-ヘブタノール、4-メチル-4-ヘブタノール、5-メチル-1-ヘブタノール、5-メチル-2-ヘブタノール、5-メチル-3-ヘブタノール、6-メチル-2-ヘブタノール、6-メチル-3-ヘブタノール、2, 2-ジメチル-3-ヘキサノール、2, 3-ジメチル-2-ヘキサノール、2, 5-ジメチル-2-ヘキサノール、2, 5-ジメチル-3-ヘキサノール、3, 4-ジメチル-3-ヘキサノール、3, 5-ジメチル-3-ヘキサノール、2-エチル-1-ヘキサノール、3-エチル-2-メチル-3-ペンタノール、1-デカノール、1-ドデカノール、1-テトラデカノール、1-ヘキサデカノール、1-オクタデカノール等が挙げられるが、1-デカノール、1-ドデカノール及び1-テトラデカノールが好ましい。

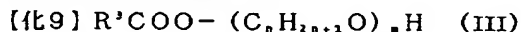
【0018】本発明に用いられるポリオキシアルキレンモノエーテル化合物は下式

【化8】 $R^2O-(C_nH_{2n+1}O)_mH$ (II)

(R^2 は炭素数が1~18、好ましくは1~10、より好ましくは1~4のアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルキルアリール基又はアリール基、好ましくはアルキル基、 n は2~4、好ましくは2~3、より好ましくは2、 m は1~4、好ましくは1又は2を表す。)で表される。これらの例としては2-メトキシエタノール、2-エトキシエタノール、2-n-プロポキシエタノール、2-イソプロポキシエタノール、2-ブトキシエタノール、2-イソブトキシエタノール、2-(ヘキシルオキシ)エタノール、2-(ドデシルオキシ)エタノール、2-(アリルオキシ)エタノール、2-フェノキシエタノール、2-(ベンジルオキシ)エタノール、2-(2-メトキシエトキシ)エタノール、2-(2-エトキシエトキシ)エタノール、2-(2-ブトキシエトキシ)エタノール、2-(2-イソブトキシ

エトキシ) エタノール、2-(2-tert-ブトキシ
エトキシ) エタノール、2-[2-(ヘキシロキシ)
エトキシ) エタノール、2-[2-(ドデシロキシ)
エトキシ) エタノール、2-[2-(テトラデシロキシ)
エトキシ) エタノール、2-[2-(ヘキサデシロ
キシ) エトキシ) エタノール、2-[2-(オクタデ
シロキシ) エトキシ) エタノール、2-[2-(2-
メトキシエトキシ) エトキシ) エタノール、2-
[2-(2-ブトキシエトキシ) エトキシ) エタノール、
2-[2-(2-(ドデシロキシ) エトキシ) エ
トキシ) エタノール、2-[2-(2-(テトラデシロ
キシ) エトキシ) エタノール、1-メトキシ
2-プロパノール、1-エトキシ-2-プロパノール、
1-ブトキシ-2-プロパノール、1-フェノキシ
2-プロパノール、2-(2-メトキシプロポキシ)
プロパノール、2-[2-(オクチルフェニロキシ)
エトキシ) エタノール、2-[2-(ノニルフェニロ
キシ) エトキシ) エタノール、2-[2-(ジノニル
フェニロキシ) エトキシ) エタノールなどが挙げられ
るが、特に2-エトキシエタノールが好ましい。

【0019】本発明に用いられるポリオキシアルキレン
モノエステル化合物は下式



(R'は炭素数が1~18、好ましくは1~10、より
好ましくは1~3のアルキル基、nは2~4、好ましく
は2~3、より好ましくは2、mは1~4、好ましくは
1~2を表す。)で表される。これらの例としては2-
ヒドロキシエチルアセテート、2-ヒドロキシエチルカ
プリレート、2-ヒドロキシエチルカプリネート、2-
ヒドロキシエチラウレート、2-ヒドロキシエチルパ
ルミテート、2-ヒドロキシエチルオレート、モノオレ
イン酸ポリエチレングリコール2EOなどが挙げられ
る。

【0020】これらのアルコール性水酸基を有する化合
物を単独若しくは二種類以上任意の割合で添加した遊離
砥粒スラリー組成物は、異硬度材料の研磨加工によって
発生する軟質材料の選択研磨を防止し、尚且つ研磨能率
(研磨速度)を低下することなく均一にしかも金属/セ
ラミックス間の加工段差を小さくすることが可能であ
る。本発明に用いるこれらのアルコール性水酸基を有す
る化合物は、沸点が80℃以上、好ましくは沸点が10
0℃以上である。これは、蒸発速度の速い選択研磨防止
剤は研磨作業中に蒸発して安定な研磨加工を困難にする
からである。また、本発明に用いるこれらの選択研磨防
止剤の添加濃度は、遊離砥粒スラリー組成物に対して
0.5wt%以上、好ましくは1.0wt%以上、更に
好ましくは1.0~50wt%である。

【0021】本発明に用いる分散媒は、薄膜型磁気ヘッ
ドの構成材料であるパーマロイおよびセンダストなどの

金属膜が一般的に水に対して弱く腐食や錆を発生するの
で分散媒として非水系溶媒を用いることが望ましく、更
に極性の低い非極性溶媒を用いることが望ましい。ここ
で、分散媒の極性とは普通に使用される意味で溶媒分子
内の原子とその結合の種類、原子団および原子配列とそ
の位置などによって分子内に生じる双極子に基づく性質
である。この極性の大きさは相互作用する分子の極性に
よって相対的に決まるものである。溶媒の極性は、定性
的にHildebrandの溶解性パラメーター(s p値)δ値で
表される。このδ値が大きい程極性が大きく、小さいも
の程極性は小さい。このδ値は、更に分散、極性による
配向および水素結合などの分子間相互作用によっていく
つか分けられるが、これらの値は、その溶媒がどのよう
な化合物をよく溶かすかという、化合物に対する溶解の
選択性を決定するものである。本発明の遊離砥粒スラリ
ー研磨液の分散媒に適した有機溶媒は、このδ値が低い
ものが望ましい。これは、極性成分が増加することによ
り分散媒の臭気が問題になったり、分散媒自体が人体や
被研磨物に対して悪影響を与えるからである。

【0022】更に本発明では、研磨加工中の研磨スラリ
ーの蒸発を無くし、安定な研磨加工を行うために分散媒
の蒸発速度が遅い溶媒が適している。これは、蒸発速度
の速い分散媒は研磨作業中に分散媒が蒸発してしまい、
安定な研磨加工が困難になるからである。これらのこと
から、本発明に用いる分散媒は、沸点が100℃以上、
より好ましくは120℃以上であり、溶解性パラメータ
ーs p値が10.0以下、好ましくは8.0以下、相対
速度が5.0以下、より好ましくは2.0以下のものが
適している。これらの分散媒としては例えば、エクソン
化学(株)製無臭イソパラフィン系溶媒:アイソパーシ
リーズや低臭ナフテン系溶媒:EXXSOLシリーズ、
モービル化学製n-パラフィン系溶媒:ホワイトレック
スシリーズおよび工業用脂肪族系溶媒であるペガソー
ル、ペガホワイト、サートレックスなどがある。

【0023】分散剤には界面活性剤、高分子化合物及び
表面改質剤があり、これらは組合わせて用いてもよい。
粉体の状態から安定な分散系を作るには、固/液界面で
のぬれ性が良くなければならない。ここでぬれ性とは、
液体が固体表面から気体を押しのける現象を言うが、乾
燥した粉体の表面には空気が強く吸着しているため、こ
れを液体で置換する必要がある。また、ぬれ性を良くす
るには、固/液の化学的親和性を強めればよく、親和性
は両者の極性や化学構造が近いものほど大きくなる。一
般的な研磨材粒子は、その表面に水酸基などの極性官能
基が存在するため親水性を示し、水のようなδ値の高い
極性溶媒中ではぬれ性が良いため容易に分散させること
が可能である。しかし、本発明で用いる分散媒は非極性
溶媒であるため、親水性粒子である研磨材を非極性溶媒
中に均一に分散させるには、粒子表面と分散媒との親和
性を高めなければならず、粒子表面の疎水化処理を施す

必要がある。疎水化処理の方法には、界面活性剤などの分散剤を添加する方法がある。

【0024】分散剤として界面活性剤を用いる方法は、界面活性剤が分子中に疎水性の長い炭化水素鎖と末端に強い極性基(=親水基)を持つ両親媒性物質であることを利用している。具体的には、親水性である粒子表面と界面活性剤の極性基との相互作用により疎水性である炭化水素鎖を外側に向けて吸着するため、全体的に見ると粒子の表面性は親水性から疎水性に変化し、非極性溶媒中で沈降することなく安定に存在することが可能となる。

【0025】本発明に用いられる分散剤としての界面活性剤は非極性溶媒に溶解するものでなければならず、そのような界面活性剤は、その分子骨格中に二重結合や三重結合を有するか、又は分岐が存在するものが一般的である。この様な界面活性剤としては、例えばソルビタン脂肪酸エステル系であるモノオレイン酸ソルビタン、セスキオレイン酸ソルビタン、トリオレイン酸ソルビタン、グリセリンエステル系としてはペンタオレイン酸デカグリセリル、ペンタイソステアリン酸デカグリセリル、トリオレイン酸デカグリセリル、ペンタオレイン酸ヘキサグリセリル、モノイソステアリン酸グリセリル、モノイソステアリン酸ジグリセリルなど、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル系であるテトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル系であるモノオレイン酸ポリエチレングリコール2EO、6EO、ポリオキシエチレンアルキルエーテル系であるPOE(2)オレイルエーテル、POE(3)2級アルキルエーテルなどがある。本発明に使用される界面活性剤濃度は、粒子に飽和吸着を起す濃度以上であればよく、使用する研磨材粒子の表面性および界面活性剤種により変化する。これは、非極性溶媒中では水系に比べ、一層目での界面活性剤の吸着量は小さいため、界面活性剤同士が疎水-疎水相互作用を利用し二層吸着することは困難となり、水系のように界面活性剤の添加濃度と伴に表面性が変化することがないためである。

【0026】更に、分散剤として高分子化合物やシランカップリング剤に代表される表面改質剤を使用してもよい。高分子化合物は粒子表面に吸着し、厚い吸着層を形成する。この厚い吸着層によって、粒子同士の接近を立体障害的に防止することを利用している。また表面改質剤を用いる方法では、粒子表面にある表面官能基と表面改質剤を化学反応により結合させ、粒子の表面性を親水性から疎水性へと変化させることを利用している。上記の方法に限定されず、疎水化処理を行うことにより親水性である研磨材粒子を非極性溶媒中に均一に分散させることが可能となる。遊離砥粒スラリー組成物中の分散剤の含有量は0.01重量%以上、好ましくは0.05~5.0重量%である。

【0027】研磨材粒子は、研磨加工一般に用いられるものであれば、特に制限されることなく使用することが出来る。具体的には、ダイヤモンド、アルミナ、シリコンカーバイド、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化ケイ素、酸化鉄などが挙げられる。薄膜型磁気ヘッドの加工には一般的に、基材がアルチックと硬質であるためにダイヤモンド研磨材粒子が用いられ、一般的粒子径は概ね1.0ミクロン以下、更に好ましくは0.5ミクロン以下のダイヤモンド研磨材粒子が用いられる。また、ダイヤモンドの結晶構造は、その製法により多結晶と単結晶が存在するが研磨の目的に合わせどちらを用いてもよい。遊離砥粒スラリーに添加されるダイヤモンド粒子の濃度は一般的には0.05~1.0重量%程度であり、これも研磨効率や研磨面品質によって調整される。

【0028】本発明の遊離砥粒スラリー組成物の製造方法は、一般的な遊離砥粒スラリーの製造方法が適用出来る。即ち、界面活性剤等を適量溶解してもよい分散媒に研磨材粒子を適量混合する。この状態において研磨材粒子表面は親水性であるために非極性溶媒中では凝集状態で存在している。そこで、凝集した研磨材粒子を一次粒子にするために分散を実施する。分散工程では一般的な分散方法および分散装置を用いることが出来る。具体的には、例えば超音波分散機、各種ビーズミル分散機、ニーダー、ボールミルなどが適用出来る。分散装置の使用によって粒子が一次粒子まで分散され、現れた表面に界面活性剤が吸着し、ぬれ性を改善することにより凝集することなく分散安定性が良好なスラリーを調製することが可能となる。

【0029】この発明の被研磨物は、主にピッカース硬度(Hv)が26~360の軟材料とHvが700~4000の異硬度材料が混在する複合材料である。ここに含まれる軟材料と硬材料はそれぞれ一種類又は複数であってもよい。この軟材料は特に金属であり、例えばTi(Hv:60)、Pb(Hv:37)、Ag(Hv:26)、W(Hv:360)、V(Hv:55)、Nb(Hv:80)、Ta(Hv:355)、Pd(Hv:38)、Cr(Hv:130)、Ru(Hv:350)、Cu(Hv:117)、Pt(Hv:39)、Mo(Hv:160)、Th(Hv:38)、Ni(Hv:60)、センダスト(Fe-Al-Si、Hv:600)、パーマロイ(Fe-Ni、Hv:200)、アルミニウム(Hv:200)が挙げられる。硬材料はセラミックス、ガラス等であり、例えば、石英ガラス(Hv:620)、アルチック(Al_2O_3-TiC 、Hv:2500)、TiC(Hv:3200)、AlN(Hv:1370)、Si₃N₄(Hv:2160)、ZrO₂(Hv:700)、cBN(Hv:4000)、SiO₂(Hv:620)、SiC(Hv:2400)、hBN(Hv:4700)、AlTiC(Hv:2500)、Al₂O₃(Hv:2000)、Si、N、(Hv:2160)、AlN(Hv:1370)、MgO

(Hv:920), B₄C (Hv:3200), TaN (Hv:1080) が挙げられる。また特に、被研磨物が薄膜型磁気ヘッドの場合には、この被研磨物は例えば図1に示すようなアルチック、センダスト、バーマロイ、アルミナ等の異硬度材料が混在する構造になる。

【0030】Hvの測定法はJIS Z251に規定されている。具体的には、対面角が136°のダイヤモンド正四角錐圧子を用い、試験片にくぼみを付けた時の試験荷重とくぼみの対角線長さから求めた表面積とから、次式を用いて算出する。

【数1】

$HM=0.102(F/S)=0.102 \cdot (2F \sin \theta / 2) / d^2 = 0.18909F / d^2$
ここで、HMはピッカース硬度、Fは試験荷重(N)、Sはくぼみの表面積、dはくぼみの対角線の長さの平均(mm)、 θ はダイヤモンド圧子の対面角を表わす。なお、ピッカース硬度の試験機はJIS B7725に、硬度の基準となる基準片は鋼製(JIS G4401, JIS G4805)、黄銅製(JIS H3100)、銅製(JIS H3100)とそれぞれ定められている。また、基準片の使用範囲の表面粗さはJIS B0601(表面粗さ)により0.1sの鏡面、基準片の表面および裏面の平行度はJIS B0621(形状および位置の精度の定義および表示)により、50mm当たり0.02mm以下と定められている。

【0031】本発明の遊離砥粒スラリー組成物を用いて研磨加工される事例としては、光ファイバーコネクタ、半導体素子、VTRヘッド、フロッピーヘッドなどのような硬度と表面性質の異なる異種複合材料について何でも適用出来るが、一例として次に薄膜型磁気ヘッド加工への応用例について述べる。浮上型磁気ヘッドは一般的に以下のような工程で製造されている：

1. バーの切り出し

このバーは図2に示すように多数の磁気交換素子がマトリックス状に形成されたウエハを切断したものであり、複数のスライダが列状に配列されている。

2. バーを加工治具に接着(図3参照)

3. バーのラッピング処理(図4参照)

10

20

30

*

*ラッピング処理とは、図4に示すように錫等を主材料とした定盤を回転させ、この上に被研磨物をおいて遊離砥粒スラリー等を供給しながら行う、スライダのABSの研磨加工を言う。

4. 加工治具からバーを剥離

5. レールエッチング工程

6. バーをスライダに切断分離

【0032】この工程の中で、本発明は3. バーのラッピング処理における研磨に関する。スライダのABSの一般的な研磨加工は、遊離砥粒スラリーを用いて、スロートハイトおよびMRハイトを管理しながら行われている。ここでスロートハイト(Throat Height: TH)とは、薄膜型磁気ヘッドの記録書き込み特性を決定する因子の一つであり、このスロートハイトは、図1のTHで表す様に、ABSから薄膜コイルを電氣的に分離する絶縁層の端部までの磁極部分の距離のことである。また、薄膜型磁気ヘッドの内、磁気抵抗再生素子を備えたものをMR-インダクティブ複合ヘッドと言い、このMR-インダクティブ複合ヘッドにおいて記録再生特性を決定する一つの因子として、磁気抵抗再生素子の高さがあり、これをMRハイト(MR-Height: MR-h)と呼んでいる。このMRハイトは、図1のMR-hで示す様に端面がABSに露出する磁気抵抗再生素子のABSから測った距離のことである。

【0033】

【実施例】実施例1

本実施例では、アルチック、センダストおよびバーマロイによって構成される薄膜型磁気ヘッドを研磨加工する際の選択研磨防止効果について検討した。また研磨助剤として知られているオレイン酸およびステアリン酸を用いたスラリー並びに無添加のスラリーを比較した。本実施例および比較例に用いた遊離砥粒スラリーの組成を表1に示す。

【0034】

【表1】

原材料	重量比(重量%)
0-0.25 μ mダイヤモンド粒子	0.1
界面活性剤(SP-O10)	1.0
アルコール性水酸基を有する化合物	10.0
分散媒(アイソパーM)	88.9
合計	100

【0035】分散媒として非極性溶媒であるアイソパーMを用い、界面活性剤として非イオン性界面活性剤であるモノオレイン酸ソルビタン(日光ケミカルズ(株)製、商品名:SP-O10)を用いた。研磨実験には、日本エンギス(株)製自動精密ラッピングマシンHY PREZ E J-3801N型を用いた。研磨条件はラッピング盤に錫/鉛定盤、定盤回転速度60rpm、スラリー

50

研磨液供給量を30秒間隔に3秒間噴霧、加工荷重1300g/cm²、加工時間30分間とした。研磨特性の評価は研磨加工後の薄膜磁気型ヘッドのアルチック/金属膜間に発生する段差、つまりボールチップリセッション値(PTR値)を走査型プローブ顕微鏡(AFM)により求めた。ここで、薄膜型磁気ヘッドのPTR値は3nm以下で良好とした。スクラッチおよび面荒れの評価

はAFMおよび微分干渉光学顕微鏡を用いた。研磨レートの測定は研磨前と30分間上述した研磨条件で研磨加工を行った後の被研磨物の重量変化から測定した。結果*

*を表2に示す。

【0036】

【表2】

No.	物質名	PTR(nm)	研磨面	研磨レート
1	1-ブタノール	2.69	良好	132
2	1-ブタノール	2.67	〃	136
3	1-ヘキサノール	2.66	〃	137
4	1-ヘキサノール	2.70	〃	141
5	1-オクタノール	2.67	〃	137
6	1-オクタノール	2.64	〃	135
7	2-エチル-1-ヘキサノール	2.63	〃	134
8	2-エチル-1-ヘキサノール	2.64	〃	138
9	1-デカノール	2.65	非常に良好	135
10	1-デカノール	2.86	非常に良好	141
11	テトラデシルアルコール	2.95	〃	142
12	テトラデシルアルコール	2.82	〃	142
13	オクタデシルアルコール	2.91	〃	144
14	オクタデシルアルコール	3.00	〃	140
15	2-エトキシエタノール	2.45	良好	131
16	2-エトキシエタノール	2.64	〃	135
17	1-デカノール5wt% 2-エトキシエタノール5wt%	2.38	〃	136
18	1-デカノール 8wt% 2-エトキシエタノール2wt%	2.53	非常に良好	134
19	1-デカノール4wt% 2-エトキシエタノール3wt% 2-(2-エトキシエトキシ)エタノール3wt%	2.61	良好	137
20	オレイン酸	5.98	良好	55
21	ステアリン酸	7.03	スクラッチ多い	40
22	無添加	10.64	スクラッチ非常に多い	100

【0037】ここで研磨レートとは添加剤を含まない遊離砥粒スラリー組成物による薄膜型磁気ヘッドの研磨量を100としたそれぞれの研磨レートの相対値である。この実験結果から、アルコール性水酸基を有する化合物を含む遊離砥粒スラリーを用いて研磨した薄膜型磁気ヘッドのPTR値はいずれも比較例であるオレイン酸、ステアリン酸および無添加を用いたときよりも低くなり、硬度の異なる複合材料から構成される薄膜型磁気ヘッドをより均一に研磨出来た。また、脂肪酸（オレイン酸、ステアリン酸）を添加したスラリーでは研磨レートの著しい低下が観察されるが、アルコール性水酸基を有する化合物を添加した遊離砥粒スラリーでは、無添加に比較しても研磨レートが向上していることが確認された。研磨面に関してはオレイン酸、ステアリン酸および無添加よりも同等又は良好であった。更に研磨面は1-デカノール、1-テトラデカノールが特に良好であった。ま

た、アルコール性水酸基を有する化合物を一種類以上含む遊離砥粒スラリーを用いて研磨した薄膜型磁気ヘッドのPTR値はいずれも比較例であるオレイン酸、ステアリン酸および無添加を用いたときよりも低くなり、硬度の異なる複合材料から構成される薄膜型磁気ヘッドをより均一に研磨出来た。研磨面に関してはオレイン酸、ステアリン酸および無添加よりも同等又は良好であった。

【0038】実施例2

本実施例では、アルコール性水酸基を有する化合物の添加量を0~50wt%まで変化したときのPTR値、研磨面および相対研磨速度について評価した。アルコール性水酸基を有する化合物を1-デカノールにして、条件は実施例1と同様にして行った。結果を表3に示す。

【0039】

【表3】

1-デカノール(重量%)	PTR(nm)	研磨面	研磨レート
0.1	2.89	良好	105
0.3	2.90	"	105
0.5	2.82	"	119
1.0	2.79	非常に良好	122
3.0	2.71	"	125
5.0	2.64	"	130
10.0	2.65	"	135
20.0	2.61	"	134
30.0	2.67	"	138
40.0	2.64	良好	138
50.0	2.62	"	139
無添加	10.64	スクラッチ非常に多い	100

【0040】本実施例の実験結果から、0.5wt%以上でPTR値が小さくなり、複合材料である薄膜型磁気ヘッドの選択研磨を防止する効果が発現し、試験した全範囲において無添加の比較例と比べて研磨面状態は良好であった。更に1.0wt%以上、より好ましくは1.0~30.0wt%の範囲において最もスクラッチや面荒れがなく特に良好であった。これらの実施例の結果から、アルコール性水酸基を有する化合物を単独若しくは二種類以上含む遊離砥粒スラリーを用いて研磨することにより、硬度の異なる複合材料を材料間の硬度差によって発生する軟質材料の選択研磨を防止した均一な研磨加工が可能になった。

【0041】本発明を薄膜型磁気ヘッドの研磨に適用した事例で説明したが、本発明はこれに限定されるもので*

*はなく、他の硬度の異なる複合材料の研磨においても、要はアルコール性水酸基を有する化合物の材料表面への選択的な作用によって、異種材料間の研磨量に差を生じさせることなく、均一な研磨加工と、且高い研磨レートを必要とする場合に適用出来る。

【図面の簡単な説明】

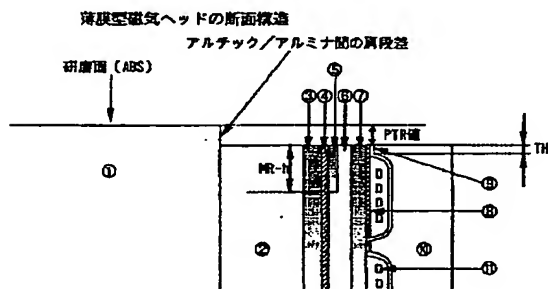
【図1】研磨される薄膜型磁気ヘッドの断面構造である。

【図2】薄膜型磁気ヘッドの構造である。

【図3】切り出したバーの加工治具への貼り付けを示す斜視図である。

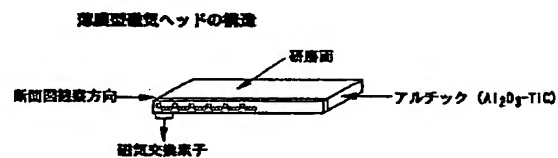
【図4】バーのラッピング処理の一例を示す斜視図である。

【図1】



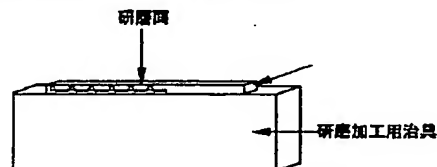
- ① アルテック (Al_2O_3 -TiC)
- ② アルミナ (Al_2O_3) 絶縁膜
- ③ 下部シールド膜 (センダスト: FeAlSi、パーマロイ: FeNiなど)
- ④ アルミナ (Al_2O_3)
- ⑤ 磁素子
- ⑥ アルミナ (Al_2O_3)
- ⑦ 上部シールド膜 (パーマロイ: FeNiなど)
- ⑧ アルミナ (Al_2O_3)
- ⑨ 磁素子ヘッド (パーマロイ: FeNiなど)
- ⑩ アルミナ (Al_2O_3) 保護膜
- ⑪ 銅 (Cu)

【図2】

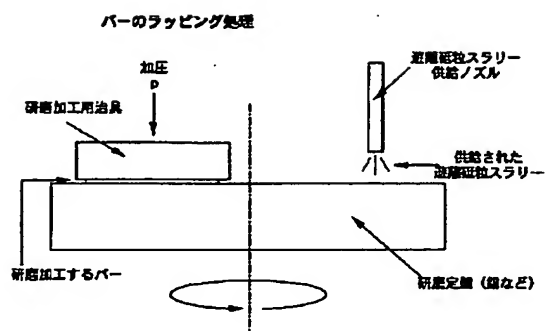


【図3】

切り出したバーの加工治具への貼り付け



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 折井 一也
東京都台東区台東1丁目5番1号東京磁気
印刷株式会社内

(72)発明者 藤田 恭敏
東京都中央区日本橋一丁目13番1号ティー
ディーケイ株式会社内

(72)発明者 山口 正雄
東京都中央区日本橋一丁目13番1号ティー
ディーケイ株式会社内

(72)発明者 佐々木 正博
東京都中央区日本橋一丁目13番1号ティー
ディーケイ株式会社内

Fターム(参考) 5D033 CA05 DA01